



Metsulfuron metil teknis



Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Acuan normatif	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Syarat mutu	1
5 Pengambilan contoh	1
6 Cara uji	1
7 Penandaan	5
8 Pengemasan	5
Bibliografi	6



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Metsulfuron metil teknis* disusun sebagai upaya untuk meningkatkan jaminan mutu mengingat metsulfuron metil telah banyak diperdagangkan dengan mutu yang bervariasi dan digunakan untuk membuat formulasi pertisida.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 134 S, Kimia Organik dan Agrokimia, dan telah dibahas dalam Rapat Konsensus di Jakarta pada tanggal 7 Desember 2004 yang dihadiri oleh wakil-wakil produsen, konsumen, asosiasi, pakar dari perguruan tinggi dan lembaga penelitian dan instansi terkait.



Metsulfuron metil teknis

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi ruang lingkup, acuan normatif, istilah dan definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, cara uji, syarat penandaan dan cara pengemasan metsulfuron metil teknis.

2 Acuan normatif

SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*

3 Istilah dan definisi

3.1

metsulfuron metil teknis

kristal halus berwarna putih sampai putih keabu-abuan dengan nama kimia 2-[3-4-methoxy-6-methyl-[1,3,5]-triazin-2-yl-ureidosal-phonyl] benzoic acid, methyl ester, rumus molekul $C_{14}H_{15}N_5O_6S$, nomor CAS 74223-64-6, digunakan sebagai bahan aktif herbisida

4 Syarat mutu

Tabel 1 Spesifikasi persyaratan mutu

No	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1.	Metsulfuron metil	% b/b	minimum 96,0
2.	Air	% b/b	maksimum 0.3
3.	Bahan tidak larut dalam aseton	% b/b	maksimum 1.0
4.	Titik leleh	$^{\circ}C$	156-162

5 Pengambilan contoh

Pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

6 Cara uji

6.1 Kadar metsulfuron metil

6.1.1 Prinsip

Metsulfuron metil ditetapkan secara kromatografi cair kinerja tinggi (KCKT) pada panjang gelombang 254 nm dengan kolom fase balik (C_8), fase gerak asetonitril akuades sebagai eluen. Kadar metsulfuron metil dihitung dengan menggunakan kurva kalibrasi.

6.1.2 Pereaksi

- a) Asetonitril, kualitas KCKT.
- b) Akuades, kualitas KCKT.
- c) Internal standar fenil sulfon.
- d) Asam fosfat, 85%, kualitas KCKT.
- e) Ammonium hidroksida 30%.

6.1.3 Peralatan

- a) Kondisi KCKT;
 - Detektor : UV, panjang gelombang 254 nm
 - Kolom : C₈ 150 x 4.6 mm (dd), 5 µm atau setara
 - Fase gerak : asetonitril-akuades (65 : 35,v/v), pH 3,0
 - Lajur alir : 2,0 ml/ menit
 - Suhu kolom : 40⁰ C
- b) Neraca analitik.
- c) Labu ukur 100 ml, 1 L.
- d) Pipet gondok 10,0 ml.
- e) Bak ultra sonik¹⁰.

6.1.4 Prosedur

- a) **Persiapan larutan ammonium hidroksida 0,01 N**
Pipet 0,8 ml ammonium hidroksida 30%, masukkan ke dalam labu ukur 1000 ml, encerkan dengan akuades hingga tanda tera.
- b) **Persiapan fase gerak asetonitril-akuades (65:35, v/v).**
 - Atur pH akuades (650 ml) dengan asam fosfat sampai pH 3,0 dengan menggunakan
 - pH meter.
 - Tambahkan 350 ml asetonitril, kocok baik-baik dan hilangkan gelembung udara dengan menggunakan bak ultra sonik.
- c) **Persiapan pelarut contoh.**
Campurkan asetonitril dan larutan ammonium hidroksida 0,01 N dengan perbandingan sama (50:50, v/v).
- d) **Persiapan larutan standar internal**
 - Timbang teliti 9.0 g fenil sulfon, masukkan ke dalam labu ukur 1 liter, tambahkan asetonitril hingga tanda tera.
 - Tempatkan labu ukur di atas bak ultra sonik selama 15 menit, biarkan beberapa menit pada suhu ruang (larutan standar internal stabil paling sedikit 1 bulan dalam botol berwarna coklat pada suhu ruangan).
- e) **Persiapan larutan kalibrasi**
 - Timbangan teliti berturut-turut 75 mg, 100 mg dan 125 mg (± 5 mg) standar metsulfuron metil, masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 ml.
 - Pipet 10,0 ml larutan standar internal, masukkan ke dalam masing-masing labu ukur 100 ml yang berisi standar metsulfuron metil, encerkan dengan pelarut contoh hingga tanda tera.
 - Tempatkan masing-masing labu ukur di atas bak ultra sonik selama 15 menit.
 - Biarkan beberapa menit pada suhu ruang (larutan stabil paling sedikit 24 jam).

f) Persiapan contoh

- Timbang teliti 100 mg (W mg) contoh metsulfuron metil teknis, masukkan ke dalam labu ukur 100 ml.
- Pipet 10,0 ml larutan standar internal, masukkan ke dalam labu ukur yang berisi contoh, encerkan dengan pelarut contoh hingga tanda tera.
- Letakkan labu ukur di atas bak ultra sonik selama 15 menit, biarkan beberapa menit labu ukur pada suhu stabil, kocok bolak-balik.

g) Penetapan

- Saring larutan standar dan larutan contoh dengan menggunakan membran penyaring 0.45 µm sebelum disuntikkan ke KCKT.
- Atur keseimbangan dengan fase gerak yang dialirkan melalui kolom sampai respon garis dasar stabil.
- Suntikkan masing-masing 5 µl larutan standar dan larutan contoh dengan ulangan dua kali.

6.1.5 Perhitungan

- Hitung rata-rata rasio luas puncak kromatogram metsulfuron metil terhadap fenil sulfon untuk setiap penyuntikan standar kalibrasi dan larutan contoh.
- Kurva kalibrasi dibuat dengan cara memplot perbandingan luas puncak kromatogram untuk setiap larutan kalibrasi terhadap berat metsulfuron metil dalam larutan kalibrasi.
- Dengan menggunakan metode perhitungan statistik diperoleh data yang lebih baik dengan koefisien korelasi 0,998 atau lebih. Apabila koefisien korelasi lebih rendah, harus diulangi.
- Kandungan metsulfuron metil dalam contoh dihitung dengan menggunakan rumus kurva kalibrasi :

$$\text{Metsulfuron metil (\%, b/b)} = \frac{(R - b) \times P}{a \times w}$$

dengan:

R adalah rata-rata rasio metsulfuron metil terhadap fenil sulfon larutan contoh;

a adalah slop kurva kalibrasi;

b adalah intersep kurva kalibrasi;

P adalah kemurnian metsulfuron metil (%);

w adalah bobot contoh (mg).

6.2 Kadar air**6.2.1 Prinsip**

Contoh didispersikan dalam metanol dan dititar dengan pereaksi Karl Fischer yang diketahui kesetaraan airnya.

6.2.2 Peraksi

- Pereaksi Karl Fischer .
- Metanol bebas air, kandungan air < 0,03% b/b.

6.2.3 Peralatan

- Neraca analitik.
- Botol timbang.
- Alat uji kadar air, Karl Fischer.

6.2.4 Prosedur

- a) Penentuan faktor kesetaraan air pada pereaksi Karl Fischer, (f)
- Pipet 20 ml metanol, masukkan ke dalam bejana Karl Fischer, titar dengan pereaksi Karl Fischer sampai tercapai titik akhir (a ml);
 - Timbang teliti 50 mg akuades (w_1 mg), masukkan ke dalam bejana Karl Fischer, lanjutkan penitaran sampai tercapai titik akhir (b ml).

$$f \text{ (mg/ml)} = \frac{w_1}{b - a}$$

dengan:

f adalah faktor kesetaraan air pada pereaksi Karl Fischer;

a adalah penitaran metanol (ml);

b adalah penitaran akuades (ml);

w_1 adalah bobot akuades (g).

- b) Penetapan

- Pipet 20 ml metanol, masukkan ke dalam bejana Karl Fischer, titar dengan pereaksi Karl Fischer sampai tercapai titik akhir (c ml).
- Timbang teliti 2 g contoh (w_2 g), masukkan ke dalam bejana Karl Fischer, lanjutkan penitaran sampai tercapai titik akhir (d ml).

6.2.5 Perhitungan

$$\text{Air (\%, b/b)} = \frac{f \times (d - c)}{10 \times W_2}$$

dengan :

c adalah penitaran metanol (ml);

d adalah penitaran contoh (ml);

w_2 adalah bobot contoh (g).

6.3 Bahan tidak larut dalam aseton

6.3.1 Prinsip

Contoh dilarutkan dalam aseton, kemudian disaring dan ditimbang bahan yang tidak larut dalam aseton.

6.3.2 Pereaksi

Aseton bebas air, telah dikeringkan dalam natrium sulfat bebas air.

6.3.2 Peralatan

- Neraca analitik.
- Gelas ukur.
- Batang pengaduk.
- Desikator .
- Cawan dengan kaca masir porositas P 40 (ukuran 16 μm - 40 μm).
- Bak penangas air.
- Labu bulat.
- Kondensor refluks.
- Oven.

6.3.3 Prosedur

- Keringkan cawan kaca pasir pada 110⁰C selama 2 jam. Dinginkan dalam desikator dan timbang (b_0 g).
- Timbang teliti 10 g contoh (b_1 g) masukkan ke dalam labu bulat; tambahkan 150 ml, aseton dan refluks selama 10 menit.
- Saring larutan melalui cawan kaca pasir yang telah diketahui beratnya, sampai cairan habis.
- Bilas dengan 3 x 20 ml aseton.
- Keringkan cawan berisi bahan tak larut dalam oven pada 110⁰ C selama 30 menit.
- Dinginkan dalam desikator selama 20 menit dan timbang (b_2 g).

6.3.5 Perhitungan

$$\text{Bahan tidak larut dalam aseton, (\%b/b)} = \frac{(b_2 - b_0)}{b_1} \times 100$$

dengan:

- b_0 adalah bobot cawan kosong (g);
 b_1 adalah bobot contoh (g);
 b_2 adalah bobot cawan dan bahan tidak terlarut (g).

6.4 Titik Leleh

6.4.1 Prinsip

Mengamati suhu pada saat contoh mulai meleleh.

6.4.2 Peralatan

- Alat uji titik leleh.
- Gelas kapiler.

6.4.2 Prosedur

- Hidupkan alat uji titik leleh, atur suhu sesuai kebutuhan.
- Masukkan sedikit contoh ke dalam gelas kapiler bagian dasar.
- Tempatkan dalam alat uji titik leleh.
- Catat suhu pada saat contoh mulai meleleh sampai semua mencair.

7 Penandaan

Pada kemasan sekurang-kurangnya dicantumkan :

- Nama produk.
- Kode produksi.
- Berat bersih.
- Tanda bahaya.
- Nama dan alamat produsen atau importir.

8 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah kedap udara, tidak bereaksi dengan isi, aman selama penyimpanan dan transportasi.

Bibliografi

The Pesticides manual, Twelfth edition, British Crop Protection Council, Melsulfuron Methyl, Tahun 2000.

FAO *Specification* 441/TC, *Metsulfuron methyl*, 2001

CIPAC *handbook* , Volume H, *Analysis of technical and formulated pesticides, metsulfuron methyl* 441/TC/M, 1998

FAO *Specifications* 441/TC/S/P, *Metsulfuron Methyl*, 1997

CIPAC *handbook*, Volume F, *Physico-chemical methods for technical and formulated pesticides*, 1995 :

MT 2 : *Melting point*

MT 27 : *Material insoluble in acetone*

MT 30.1 : *Karl fisher method*

